



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 292 147 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1  
Patentgesetz der DDR  
vom 27. 10. 1983  
in Übereinstimmung mit den entsprechenden  
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) B 01 F 17/42  
C 11 D 1:72  
C 11 D 1:722  
C 09 K 3:22

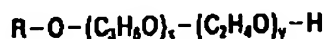
## DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	DD B 01 F / 315 561 3	(22)	09.05.88	(44)	25.07.91
(71)	siehe (73)				
(72)	Richter, Hans-Joachim, Dipl.-Chem.; Koch, Bernd, Dipl.-Chem.; Mearbote, Michael, Dr. Dipl.-Chem.; Lehmann, Hans, DE				
(73)	Buna AG, O - 4212 Schkopau, DE				
(54)	Netzmittel für schwerbenetzbare Stäube				

(55) Netzmittel; Kohlenstaub; schwernetzbare Stäube; nichtionogenes Netzmittel; Alkylpolyäthylenglycolether; Salzlösung; Schaumverhalten; Netzzeit

(57) Ein Netzmittel für schwerbenetzbare Stäube, wie Kohlenstaub besteht aus einem Alkylpolyalkylenglycolether der Formel



mit R für einen Alkylrest der Kettenlänge C<sub>7</sub>, C<sub>8</sub> oder C<sub>9</sub>, x = 1 bis 4, y = 1,5 bis 5. Das Netzmittel ist in Gegenwart von konzentrierten Salzlösungen wirksam, schäumt nicht und ermöglicht im Vergleich zu den bekannten Netzmitteln wesentlich kürzere Netzzeiten.

**Patentanspruch:**

1. Netzmittel für schwerbenetzbare Stäube, wie z. B. Kohlenstaub, aus einem Alkylpolyalkylenglycolether der Formel



gekennzeichnet dadurch, daß R für einen Alkylrest der C-Kettenlänge 7,8 oder 9 steht und x eine Zahl von 1 bis 4 und y eine Zahl von 1,5 bis 5 ist.

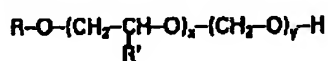
2. Nichtionogenes Netzmittel nach Anspruch 1, gekennzeichnet dadurch, daß R der 2-Ethylhexylrest und x = 2,5 bis 3,5 bzw. y = 2 bis 3 ist.

**Anwendungsbereich der Erfindung**

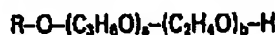
Die Erfindung betrifft ein nichtionogenes Netzmittel für schwerbenetzbare Stäube, wie z. B. Kohlenstaub.

**Charakteristik des bekannten Standes der Technik**

Anlagerungsprodukte des Oxyethylens und des Oxypropylens an Verbindungen mit mindestens einem reaktivem Wasserstoffatom sind als Netzmittel bekannt (M. Schlick „Nonionic Surfactants“, Marcel Dekker Inc., New York, 1987). Die DE-PS 2448388 beschreibt durch Mikroorganismen abbaubare Netzmittel der Formel



in der R ein geradkettiger Alkylrest mit einer mittleren Kohlenstoffatomanzahl von etwa 6 bis etwa 10, R' ein geradkettiger Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, x eine Zahl von etwa 1 bis etwa 6 und y eine Zahl von etwa 4 bis etwa 15 ist. In der DE-PS 3431156 werden biologisch abbaubare Detergens- und Spülmittelzusammensetzungen der Formel



in der R eine lineare oder im wesentlichen lineare Alkyl-Gruppe mit 6–10 Kohlenstoffatomen ist, a einen Mittelwert von 4,5–9 hat und b einen Mittelwert von 2 bis 9 hat.

Nichtionogene Tenside mit diesem chemischen Aufbau sind gute Netzmittel für Spülmittelformulierungen, haben aber den Nachteil, daß sie Kohlenstaub völlig unzureichend netzen (Netzzeiten größer 30 min). Die DD-PS 250541 beschreibt eine wenig staubbildende Partikulatzusammensetzung, nach der Farbstoffe mit oxethylierten Alkylphenolen des Oxethylierungsgrades 3–20 gegen Staubbildung stabilisiert werden. Alkylphenoloxethylate dieses Oxethylierungsbereiches sind zum Benetzen von Kohlenstaub kaum wirksam (Netzzeiten größer 30 min). Verfahren zur Herstellung von staubbindenden Mitteln und Pasten bzw. staubbindende Mittel und Pasten, die besonders zur Bindung von Kohlenstaub ausgelegt sind, sind in den DE-PS 1492297, 1492458, 2414927, 3300848 und den US-PS 3928222, 3954662, 4067818 angeführt. Diese Patente beschreiben mehr oder weniger alkalihaltige Erdalkalihydroxid-/Erdalkalichloridmischungen mit teilweisen Zusätzen an unterschiedlichsten Netzmitteln, wie z. B. oxethylierte Alkylphenole, oxethylierte Alkohole der C-Kettenlänge von 6 bis 30 und Dialkylsulfosuccinaten. Hervorgehoben wird das Kohlenstaubbindungsvermögen dieser Mittel und Pasten, über ihre Netzwirkung gegenüber schwerbenetzbaren Stäuben ist nichts bekannt. Eine Verbesserung der Netzwirkung wird nach der DE-PS 2702188 durch Kombination von ethoxylierten Stickstoffbasen mit Hydrotropen, wie Alkyl-o-xylensulfonsäure erreicht. Nachteilig ist, daß diese Kombination nur bei sehr niedrigen Salzgehalten von 500–5000 ppm wirkt. In der US-PS 4425262 wird ein Netzmittel auf der Basis von Alkylphenol mit 10 Mol Oxyethylen, dem Natriumsalz der Dodecylbenzensulfonsäure, Isopropanol, Diethylenglycolmonobutylether und Wasser beschrieben. Die erreichten Netzzeiten für 50 mg Kohlenstaub wurden für eine optimierte Rezeptur mit 3,9 min angeführt, wobei das Netzmittel in dest. Wasser mit nur 440 ppm Calciumionenzusatz gelöst wurde. Für diese geringe Menge Kohlenstaub ist die Netzzeit zu lang. Die Härtebildnerverträglichkeit ist mit 440 ppm ebenfalls nicht befriedigend.

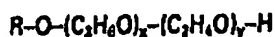
**Ziel der Erfindung**

Das Ziel der Erfindung besteht darin, den Materialaufwand für die Bindung von schwerbenetzbaren Stäuben in Wasser und Salzlösungen zu verringern.

**Darlegung des Wesens der Erfindung**

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein nichtionogenes Netzmittel für schwerbenetzbare Stäube, wie z. B. Kohlenstaub zu entwickeln, das auch in Gegenwart von Salzlösungen wirksam ist, wenig schäumt und Untersinkzeiten unter 50 s ermöglicht, wenn 0,6 bis 0,9%ige Netzmittellösungen in 20%igen Salzlösungen zum Einsatz kommen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß das nichtionogene Netzmittel folgende Struktur hat:



worin R ein Alkylrest der C-Kettenlänge 7, 8 oder 9,

x = 1 bis 4 und

y = 1,5 bis 5 ist.

Nichtionogene Netzmittel der Struktur I besitzen ein hervorragendes Netzvermögen gegenüber schwerbenetzbaren Stäuben, wie z. B. Kohlenstaub. Nonylphenolpolyglycoläther mit 8–10 Mol Ethylenoxid und Dioctylsulfosuccinat, die beispielsweise als gute Netzmittel bekannt sind, haben ein Tauchnetzvermögen von  $TNV_{100} = 0,75 \text{ g/l}$  bzw.  $0,2 \text{ g/l}$ , benetzen aber Kohlenstaub nur unzureichend. Die Alkylpolyalkylenglycoläther der Struktur I haben nur eine  $TNV_{100} > 0,8 \text{ g/l}$ , benetzen aber Kohlenstaub in sehr kurzer Zeit, wobei die Alkylpolyalkylenglycoläther vom Typ I etwa 40mal schneller netzen als die erwähnten Netzmittel. Wesentlich ist, daß R in Struktur I kettenlängeneinheitlich ist. Unterliegt R einer Kettenlängenverteilung, wie sie für native und synthetische Tensidalkohole typisch ist, verschlechtert sich das Netzvermögen gegenüber schwerbenetzbaren Stäuben wesentlich.

Vorteilhaft für die Verbindungen vom Typ I ist, daß sie sich z. B. auch in 30%iger Calciumchloridlösung einsetzen lassen.

Die Anwendung der Verbindungen vom Typ I wird dadurch erleichtert, daß diese Verbindungen in wäßriger Lösung kaum zur Schaumentwicklung neigen bzw. ihr Schaum sehr instabil ist.

Die Benetzung von Kohlenstaub erreicht dann ein Optimum, wenn R in I für 2-Ethylhexylrest steht, x den Wert von 2,5–3,5 und y den Wert von 2–3 hat.

Vorteilhaft ist es, wenn dabei das Verhältnis x zu y so gewählt wurde, daß die Alkylpolyalkylenglycoläther in Wasser löslich bzw. emulsoid löslich sind.

#### Ausführungsbeispiele

Die Benetzungsgeschwindigkeit von Kohlenstaub der Körnung  $< 0,070 \text{ mm}$  wurde so bestimmt, daß auf eine Lösung aus Wasser, Calciumchlorid und Netzmittel 0,5g Kohlenstaub aufgeworfen wurde und die Zeit bis zum vollständigen Untersinken des Kohlenstaubes gestoppt wurde. Das Verhältnis Kohlenstaub zu Netzlösung betrug 1:33.

#### Beispiele gemäß der vorliegenden Erfindung

Netzmittel I, % (Masse)	CaCl <sub>2</sub> % (Masse)	Untersinkzeit in s
R in allen Beispielen 2-Ethylhexylrest		
1) x = 2,7   0,6 y = 2,1	20	45
2) x = 1,5   0,9 y = 3	35	480
3) x = 3,4   0,9 y = 3,9	35	410
4) x = 2,5   0,9 y = 2,0	35	360

#### Beispiele gemäß Stand der Technik

Netzmittel % (Masse)	CaCl <sub>2</sub> % (Masse)	Untersinkzeit in s
5) NP + 9 EO	0,8	20
6) Dioctylsulfosuccinat, Na-Salz	0,8	20
7) wie 6)	0,9	35
8) A + 2,5 PO, 2 EO	0,8	20
9) wie 8)	0,9	35
10) I, R = 2-Ethylhexyl x = 6,1 y = 7,8	0,8	20
11) wie 10)	0,9	35
12) I, R = 2-Ethylhexyl x = 21 y = 22	0,8	20
13) Na-Salz der Polybutyl- naphthalensulfonsäure	0,8	20
14) A(C 10 bis 18) + EO	0,6	20

EO = Oxyethylen, PO = Oxypropylen, NP = Nonylphenol, A = Fettsäurealkohol C 6 bis C 10